

BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

② Offenlegungsschrift
① DE 3107950 A1

⑤ Int. Cl. 3:
C13K 1/02

DE 3107950 A1

② Aktenzeichen: P 31 07 950.4
② Anmeldetag: 2. 3. 81
④ Offenlegungstag: 16. 9. 82

1 Anmelder:
Parcolysia Verfahrenstechnik GmbH, 8000 München, DE

⑥ Zusatz zu: P 31 48 508.1
⑦ Erfinder:
Eickemeyer, Rudolf, Dipl.-Ing., 8000 München, DE

GW. 1382

Arbeitspapier

»Verfahren und Vorrichtung zur Verzuckerung von Cellulosematerialien, wie Holz und Holzabfällen, sowie einjährigen Pflanzen, wie Stroh etc. durch Hydrolyse mit verdünnten Säuren und erhöhten Temperaturen und Drucken, sowie Auswaschung des jeweils gebildeten Zuckers unter wesentlich mildereren Temperatur- und Druckbedingungen zur Gewinnung von Zuckerlösungen, die der Vergärung zu Alkohol als Treibstoff zugeführt werden, ggf. unter Gewinnung von Nebenprodukten«

Verfahren zur Verzuckerung von Cellulose-Material wie Holz und Holzabfällen sowie Verfahren zur Vorhydrolyse einjähriger Pflanzen wie Stroh, Bagasse, Bambus etc. sowie zur Celluloligninhydrolyse dieser einjährigen Pflanzen sowie Auswaschung der gewonnenen Zuckerlösungen außerhalb des Perkolators mittels einer Schubzentrifuge, worauf zunächst die in der Zuckerlösung enthaltenen Hexosen mittels *Saccharomyces cerevisiae* in einer kontinuierlichen Gärapparatur zu Alkohol vergoren werden unter Rückführung der von der vergorenen Maische abgetrennten Hefesuspension in den Gärautomat, Abdestillation des Alkohols in einer ersten kontinuierlichen Maischekolonne, Rückführung der Pentosen-haltigen Schleimpe hieraus in eine kontinuierliche Gärapparatur zur Vergärung der Pentosen mittels einer Spezialpulpa unter Rückführung der von der vergorenen Maische abgetrennten Spezialpulpa in den Gärautomat, Abdestillation des gewonnenen Alkohols in einer zweiten kontinuierlichen Maischekolonne, wobei der vorkonzentrierte Alkoholdampf aus den beiden Maischekolonnen in einer Rektifizierkolonne zu 96 vol-%igem Alkohol aufkonzentriert wird. Außerdem wird Schutz begreift für eine Vorrichtung zur Entleerung des Perkolators von dem anfallenden Lignintrückstand mittels eines Zylkons, wobei der im Zylkon anfallende Entspannungsdampf oben aus dem Zylkon abgezogen und zur Anwärzung des im Folgeprozeß benötigten Waschwassers in einem nachgeschalteten Gefäß kondensiert wird. (31 07 950)

EPO COPY

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Verzuckerung von Cellulosematerial wie Holz und Holzabfällen durch Hydrolyse mit verdünnten Säuren unter erhöhten Temperaturen und Drücken, sowie Auswaschung des jeweils gebildeten Zuckers, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vorhydrolyse zum Abbau der Hemicellulose durch Erhitzen mit verdünnter Schwefelsäure auf Temperaturen von 140-170°C, vorzugsweise 150-160°C und anschließend Auswaschung des gebildeten Zuckers mit mehreren relativ kalten Schüben von 100°C mit abnehmender Zuckerkonzentration und schließlich mit Wasser erfolgt, sowie anschließend eine Celloligninhydrolyse mit verdünnter Schwefelsäure bei Temperaturen von 180-250°C, vorzugsweise 200°C und Auswaschung des dabei gebildeten Zuckers mit mehreren relativ kalten Schüben (ca.100°C) abnehmender Zuckerkonzentration und schließlich mit Wasser erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß vor Aufheizen des Perkolators auf die Reaktionstemperatur bei der Vorhydrolyse bzw. Celloligninhydrolyse ein Schub verdünnter Säure solcher Konzentration zur Berücksichtigung der dem Material anhaftenden Feuchtigkeit bis zur Materialübersichtung durch den unteren Filter zugeführt wird, daß sich nach Ablauf des Überschusses und Aufheizen auf die jeweilige Reaktionstemperatur eine Säurekonzentration im Material von 0,2-0,5giger, vorzugsweise 0,25%iger Schwefelsäure ergibt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und ggf. 2, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Celloligninhydrolyse bei 180-250°C und Auswaschung des dabei gebildeten Zuckers mit mehreren relativ kalten Schüben (ca.100°C) abnehmender Zuckerkonzentration und schließlich mit Wasser eine erneute Hydrolyse des restlichen Cellulosematerials bei Temperaturen von 200-250°C, vorzugsweise 220°C, und Auswaschung des dabei gebildeten Zuckers in analoger Weise erfolgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1,2 od.3, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Ablassen der überschüssigen Hydrolyseflüssigkeit ca.5-10 Minuten durchgedämpft wird, um die Säurekonzentration im Euchen zu vergleichmäßigen, bevor das Aufheizen auf die Reaktionstemperatur beginnt.

5. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß für die Vorhydrolyse eine Temperatur von 150-160°C einschließlich Aufheizzeit ca. 20 Minuten aufrechterhalten wird und für die Celloligninhydrolyse eine Temperatur von ca. 200°C einschließlich Aufheizzeit ca. 20 Minuten aufrechterhalten wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß für den Betrieb eines 100 cbm-Perkolators für die Vorhydrolyse ein erster Auswaschschub von 20-30 cbm und zwei weitere Auswaschschübe von je 40 cbm angewandt werden, wobei der erste Auswaschschub aus dem zweiten Auswaschabstoß, der zweite Auswaschschub aus dem dritten Auswaschabstoß gebildet wird und der dritte Waschschub aus Wasser besteht.
7. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß für den Betrieb eines 100 cbm-Perkolators für die Celloligninhydrolyse ein erster Waschschub von 40 cbm und zwei weitere Auswaschschübe von je 40 cbm angewandt werden, wobei der erste Auswaschschub aus dem zweiten Auswaschabstoß und der zweite Auswaschschub aus dem dritten Auswaschabstoß gebildet wird, dessen Waschschub aus Wasser besteht.
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1-6, dadurch gekennzeichnet, daß die überschüssigen Flüssigkeitsanteile der Waschabstöße 2 und 3, soweit sie nicht für die Bildung der vorhergehenden Schübe benötigt werden, der Ausbeutelösung, bestehend aus Waschabstoß 1, zugefügt werden.
9. Verfahren zur Vorhydrolyse von einjährigen Pflanzen, wie Stroh, Bagasse, Bambus etc., dadurch gekennzeichnet, daß das auf Faserlängen von 6-20 mm zerkleinerte Material in einen Perkolator gefüllt und nach Imprägnierung mit verdünnter Schwefelsäure durch Druckbeheizung auf 140-170°C, vorzugsweise 150-160°C, vorhydrolysiert wird, worauf ein am unteren Ende des unteren Konus angeordnetes Entleerungsorgan unter Druck geöffnet und das Material in einen Zyklon ausgestoßen, der am oberen Zyklonende austretende Entspannungsdampf durch eine Kontraktionseinrichtung kondensiert wird und das im unteren Teil des Zylkons gesammelte Material durch ein Rührwerk mit Waschflüssigkeit vermischt austritt, um anschließend in einer Schubzentrifuge mit vorgeschaltetem Rührwerksbottich in Zuckerlösung und festen Rückstand (Cellolignin) getrennt zu werden.

10. Verfahren zur Celloligninhydrolyse von bereits vorhydrolysiertem einjährigen Pflanzen, wie Stroh, Käuse, Mais etc., dadurch gekennzeichnet, daß der vorhydrolysierte Zuckertand erneut in einen Perkolator gefüllt und nach Impregnierung mit verdünnter Schwefelsäure durch Druckerhitzung auf 180-250°C, vorzugsweise etwa 200°C hydrolysiert wird, worauf das Material in derselben Weise wie gewäß Anspruch 1 entleert und mittels Schubzentrifuge mit vorgeschaltetem Rührwerksbotticci in Lücke 96 mm und Fertig-Rückstand (Ligninrückstand) getrennt wird.
11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Celloligninhydrolyse bei 180-250°C und Auswaschung des dabei gebildeten Zuckers nach Entleerung des Perkolators mit Hilfe einer Schubzentrifuge bei ca. 100°C in ansliegender Weise eine erneute Hydrolyse des restlichen Celluloserestes in dem Perkolator bei Temperaturen von 200-250°C, vorzugsweise 220°C, und Auswaschung des dabei gebildeten Zuckers in ansliegender Weise erfolgt.
12. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß der in der Schubzentrifuge abgesetzte Zuckertand mit neuer Waschflüssigkeit, d.h. Wasser, verarbeitet wird. Allerwer abetlich der Schubzentrifuge zugeführt und erneut in Rückstand und Waschflüssigkeit getrennt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 9 und 12 oder 10 und 12 oder 11 + 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuckerlösung aus dem ersten Schubzentrifugendurchlauf als Ausbeutelösung der Weizenverarbeitung zugeführt wird, während die Zuckerauflösung aus dem zweiten Durchlauf mit Wasser als erste Waschflüssigkeit im 10 Ton verwendet wird.
14. Verfahren nach Anspruch 5, 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Säurekonzentration der Impregnierung so eingesetzt wird, daß sie nach Impregnierung und Aufheizung der Zuckertandfüllung einen Wert von 0,2-0,4, vorzugsweise 0,35-0,38, erreicht.
15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 5-14, dadurch gekennzeichnet, daß die bei der zweiten Waschung aus der Schubzentrifuge anfallende Waschflüssigkeit, so weit sie nicht für den ersten Waschschub verarbeitet wird, der Ausbeutebotticci im dem ersten Waschschub zum Nutzen wird.

5
00.00.00 3107950

Dipl.-Ing. R. Eickemeyer i/Fa. D-8000 München 80, Tel. 1181
PERCOLYSIS VERFAHRENSTECHNIK GE I Törwanger Str. 10 r.O., 40890

Patentanmeldung der Firma PERCOLYSIS Verfahrenstechnik GmbH

Erfinder: Dipl.-Ing. R. Eickemeyer, D-8000 München 80
Törwanger Str. 10

Titel:

Verfahren und Vorrichtung zur Verzuckerung von Cellulosematerialien, wie Holz und Holzschäben, sowie einjährligen Pflanzen, wie Stroh etc. durch Hydrolyse mit verdünnten Säuren und erhöhten Temperaturen und Drücken, sowie Auswaschung des jeweils gebildeter Zuckers unter wesentlich milderer Temperaturen- und Druckbedingungen zur Gewinnung von Zuckerlösungen, die der Vergärung zu Alkohol als Freikoststoff zugeführt werden, gef. unter Gewinnung von Nebenprodukten.

Beschreibung:

Durch die deutschen Patente 1567335 und 1567350 ist es bekannt, Cellulosematerial durch Hydrolyse mit verdünnten Säuren unter erhöhten Temperaturen und Drücken in Druckgefäß, sow. Perkolatoren, zu verzuckern.

Bei diesen bekannten Verfahren erfolgt während der Druckerhitzung des mit verdünnten Säuren durchtränkten Cellulosematerial die Auswaschung des gebildeten Zuckers jeweils in kurzen Abständen, um den Zucker baldmöglichst vor seiner Zersetzung unter den Hydrolysebedingungen außerhalb des Reaktionsgefäßes bei Temperaturen von 100°C und darunter in Sicherheit zu bringen.

Es hat sich jedoch gezeigt, daß die Zuckerbildung durch hydrolytische Spaltung der Celluloseketten wesentlich rascher verläuft, als es möglich ist, den gebildeten Zucker auszuwaschen, um ihn in Sicherheit zu bringen. Die Zersetzung des Zuckers erfolgt dabei mit einer Geschwindigkeit, die etwa in der gleichen Größenordnung liegt, wie die der Zuckerbildung. Das Auswuteproblem ist also durch die relative Schwierigkeit der Zucker-Auswaschung aus dem sauren Cellulosekuchen belastet.

Es ist auch schon versucht worden, die Zersetzung durch Zuhaltung der Auswaschung, dadurch herabzusetzen, was man mit einer alten Waschschübe anwendet, die den gesamten Zerkohler bei Einfüll-

3107950

15.2.81

16. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1-15, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausbeutelösungen aus der Vor- und Celloligninhydrolyse vereinigt neutralisiert und gereinigt auf Gärtemperatur entspannt und der Alkoholzehrung zugeführt werden, zunächst zur Vergärung der Hexosen mittels *saccharomyces cerevisiae* in einer kontinuierlichen Gärapparatur unter Rückführung der von der vergorenen Maische abgetrennten Beferuspension in den Gärautomat, Abdestillation des Alkohols in einer ersten kontinuierlichen Maischekolonne, Rückführung der pentosenhaltigen Schleimpf hieraus in eine kontinuierliche Gärapparatur zur Vergärung der Pentosen mittels *fusarium oxysporum* unter Rückführung der von der vergorenen Maische abgetrennten Pilze (*fusarium oxysporum*) in den Gärautomat, Abdestillation des gewonnenen Alkohols in einer zweiten kontinuierlichen Maischekolonne, wobei die von Fentosen befreite Schleimpf als Betriebswasser zurückgeführt und der vor-konzentrierte Alkoholdampf aus den beiden Maischekolonnen in einer Rektifizierkolonne zu 96 Vol-%igem Alkohol aufkon-zentriert wird.
17. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, 2, 3, 9, 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Entleerungsleitung von 700-800 mm Ø aus dem Perkolator tangential in einen Zyklon führt, wobei der Zyklon einen Durchmesser von 3-4 m und einschließlich unterem Konus eine Gesamthöhe von 9-10 m besitzt, die obere Austrittsleitung aus dem Zyklon mit 1200-1800 mm Ø über einen Krümmer tangential in den oberen Teil eines Kondensationsgefäßes von etwa gleichem Durchmesser wie der Zyklon führt und über dieser Kondensationsgefäß ein Wasserspeicher etwa gleichen Durchmessers mit unterem Auslaßventil und Verteilrsiebroden über dem Kondensationsgefäß angeordnet ist, wobei eine Vorrichtung zur gleichzeitigen Öffnung des Wasser speicher-Auslaßventils und des Perkolator-entleerungsventils vorgesehen ist.

140 ORGANISMS

in diesen abgekühlt und dadurch die Zersetzungsgeschwindigkeit herabgesetzt. Es mußte dann aber vor dem nächsten Auswaschschub wieder aufgeheizt werden, um die Hydrolyse wieder zu beschleunigen.

Es wurde nun gefunden, daß es wesentlich ist, den Lyophilisierungsprozeß in Perkolatoren von 100 cbr Inhalt mit einer Füllung von z. B. 100 : Kukupittholz (Trockensubstanz (TS)) zu einer gleichmäßiger Durchtränkung des zu Lackspünen zerkleinerten Materials mit einem Säureschub von ca. 50 cbr durch das untere Filter und Ablauf des Überchusses zunächst so weit durch Aufheizen auf relativ hohe Temperaturen zwischen 140 und 170°C zu betreiben, daß ein überwiegender Teil der Hemicellulose bereits abgebaut ist, bevor man den Auswaschprozeß einleitet. Dabei werden dann möglichst große Flüssigkeitsmengen von z.B. 20-30, vorzugsweise 25 cbr zur Erzielung einer Abkühlung um 15-20°C bei der ersten Schub angewandt, so daß die Zersetzung des Zuckers im Perkolator entscheidend (mindestens auf ein Drittel) verzögert wird.

Ein Niede aufheizen des Perkolators erfolgt nicht und es wird durch et zwei weitere größere Schübe von z.B. 40 cm mit ca. 100°C ausgewaschen, wobei sich die Perkolatorenteratur auf ca. 120 bzw. 113°C erhöht.

Im Interesse einer Bekämpfung der bevorstehenden Energiekrise durch Ölverknappung wird vorgeschlagen, die in großen Mengen zu Verfügung stehenden Einjahrespflanzen, wie Stroh, Bagasse, Bambus etc. in sov. Perkolatoren einer Hydrolyse mit verdünnter Schwefelsäure zu unterziehen und die dadurch erzielten Zuckerlösungen einer Gärung zur Gewinnung von Alkohol zuzuführen, der anschließend abdestilliert und ggf. absolutiert wird.

Hierzu bedarf es besonderer Arbeitsmethoden, um diese eingühri-
gen Zflecken, die die Eigenschaft haben, sich im Perkolator
relativ leicht zusammenzusetzen, so daß sie nicht mehr oder nur
noch zu langsam perkolierbar sind, trotzdem unter Vermeidung
zu starker Zuckerzerersetzung mit ausreichender Ausbeute in ver-
gängbare Zuckerlösungen umzuwandeln.

Es wird deshalb folgende neue Arbeitsmethode für die Verzuckerung einjähriger Pflanzen vorgeschlagen:

3107950

Zunächst wird z.B. Stroh gehäckselt und in einen Perkolator gefüllt, der in an sich bekannter Weise (DK 1567330 und 1567335) gebaut sein kann und ca. 100 cbm Inhalt besitzt.

An seinem unteren Teil besitzt der Perkolator einen Konus, in den ein Filter, zweckmäßig unterteilt, eingebaut ist.

Der Filter besteht aus gelochten Blechen oder Siebsteinen, die mit Löchern in einem bestimmten Abstand (DKP 1567335) voneinander sind.

Am unteren Konusende befindet sich ein automatisch unter Druck zu öffnendes Entleerungsventil (Entleerungsklappe oder z.B. Kugelventil), durch das die Perkolatorenfüllung in einem Zyklon entleert werden kann. Der Zyklon ist an seinem Oberteil durch eine relativ weite Abdampfleitung mit einer Kondensationsvorrichtung verbunden.

Diese Kondensationsvorrichtung besteht aus einem mit Wasser gefüllten oberen Behälter und einem darunter angeordneten leeren Behälter, zwischen denen ein Ventil und darunter ein Verteiler-Siebboden angeordnet ist.

Sobald nun das Perkolatorenentleerungsventil geöffnet und der Perkolator unter Druck (z.B. entsprechend 160°C) entleert wird, wird im Zyklon Entspannungsdampf erzeugt, der durch seine obere Abdampfleitung in den Raum unterhalb des Siebbodens gelangt und dort von dem durch das gleichzeitig geöffnete Ventil aus dem oberen Behälter strömenden Wasser kondensiert wird. Das durch die Dampfkondensation auf 90-100°C erhitzte Wasser wird im unteren Behälter gespeichert und dient für die nächstes Augenblicks Druckerhitzung im Perkolator als Imprägnierungsflüssigkeit, der noch eine entsprechende Länge Schwefelsäure zur Erzielung der benötigten Säurekonzentration der nächsten Aufschlußlösung in einem geeigneten Bottich zugemischt wird.

Im Konus des Zylinders sammelt sich der entleerte Perkolatorinhalt. Im oberen Teil des Konus sind am Umfang verteilt sechs Stutzen zum Einlassen von Waschflüssigkeit vorgesehen, die das Gut in einen Rührwerksbottich ausschwemmt, wobei eine über dem unteren Auslauf angeordnete Rührwerkschnecke für Mischung von Waschflüssigkeit mit dem aus dem Perkolator entleerten Gut sorgt.

END ORIGINAL

02-03-81 3107950
25.2.81

Eine Schubzentrifuge (Bauart Escher Wyss) trennt die Mischung in Zuckerlösung, die auf der einen Seite austritt, und Festmaterial, das auf der anderen Seite der Schubzentrifuge anfällt.

Das Festmaterial wird in einem Rührwerksbottich erneut mit Waschflüssigkeit, in diesem Falle Wasser, verrührt und das Gemisch wieder in die nachgeschaltete Schubzentrifuge eingebracht. Die Mischung wird wieder in Zuckerlösung und Festmaterial getrennt.

Die Zuckerlösung vom ersten Durchgang durch die Schubzentrifuge dient als Ausbeutelösung der Vorhydrolyse und wird der Weiterverarbeitung durch Gärung und Destillation zugeführt.

Die Rücke Lösung aus zweiten Durchgang dient als Waschflüssigkeit bei der nächsten Vorhydrolyse-Perkolatorentleerung im Zylinder.

Das nach dem zweiten Durchgang durch die Schubzentrifuge abgeschiedene Festmaterial wird erneut in den Perkolator gefüllt, um dort der Celloligninhydrolyse durch Druckerhitzung mit 0,25%iger Schwefelsäure auf ca. 200°C zugeführt zu werden.

Nachdem dann die Hemicellulose des aus Holzspänen bestehenden Ausgangsmaterials weitgehend abgebaut und ihre Abbauprodukte ausgewaschen sind, wird nach erneuter Durchtränkung des Materials mit Säure und Ablauf des Überschusses auf besonders hohe Temperaturen zwischen 180 und 250°C, vorzugsweise 200°C aufgeheizt, um die schwerer angreifbare Cellulose überwiegend abzubauen. Die Auswaschung wird dann anschließend durch einen großen Flüssigkeitsschub von ca. 40 cbm mit ca. 100°C eingeleitet, wobei die Temperatur auf 140-150°C fällt, und durch zwei weitere Schübe je etwa gleicher Größe von 100°C ausgewaschen, wobei die Perkolatortemperatur auf etwa 120°C und weiter auf etwa 108°C fällt.

Die Auswaschung der Abbauprodukte sowohl der Hemicellulose bei der Vorhydrolyse, als auch der Cellulose bei der Celloligninhydrolyse kann dabei im Gegenstrom, d.h. mit einem ersten Schub, der aus dem Abstoß des zweiten Schubes gebildet ist, einem zweiten Schub aus dem Abstoß des dritten Schubes und einem dritten Wasserschub erfolgen.

000000

3107950

-8-

25.3.61

Zur Herabsetzung der Korrosion der Apparatur ist es dabei vor teilhaft, daß man bei einer möglichst niedrigen Säure konzen tration arbeitet - und zwar zweckmäßig mit 0,2-0,5%, vora weise 0,25%iger Schwefelsäure.

Die gleichmäßige Durchtränkung des Cellulose materials in ver dünnster Schwefelsäure erfolgt durch hintereinander eines Flüssig keitsschubes von ca.100°C durch den unteren Filterteil, am unteren Perkolatorkonus mit einer Säurekonzentration von etw. über 0,25% H_2SO_4 , damit nach vollständiger Füllung des Perko lators mit verdünnter Säure und Ablauf des Überschusses durch den unteren Filterteil unter Berücksichtigung der vorher be reits im Material enthaltenen Feuchtigkeit und des Dampf kon densats sich eine etwa gleichmäßige Säurekonzentration von 0,25% H_2SO_4 einstellt, insbesondere nach Aufheizen des Inhalt mittels Dampf von unten durch den Filter.

Im Anschluß an das Einlassen des Schubes von unten und Ablauf des Überschusses erfolgt von unten Durchdämpfen ca.5-10 Minuten um die Säurekonzentration bei ca.100°C zu vergleichmäßigen.

Im Anschluß an die Vorhydrolyse und die Auswaschung des Vor hydrolysats, bei der der Säuregrad mit der Perkolatorfüllung weitgehend verdünnt worden ist, muß wiederum eine gleichmäßige Durchtränkung des Cellulosematerials mit verdünnter Schwefel säure erfolgen. Hierzu wird durch den unteren Filterteil, am unteren Perkolatorkonus erneut ein Flüssigkeitsschub von ca.20 cbm mit ca.100°C und einer Säurekonzentration von 0,4-0,5% H_2SO_4 bis zur Überschichtung des Materials eingelassen um wiederum eine Säurekonzentration von 0,25% H_2SO_4 zu Füher herzustellen, nachdem der Überschuss etwa gleicher Größe durch den unteren Filterteil wieder abgelaufen ist.

Im Anschluß daran wird von unten durchgedämpft (ca.5-10 Minuten), um die Säurekonzentration zu vergleichmäßigen.

Hierauf erfolgt das Aufheizen von unten durch den über dem Filter auf eine Temperatur von 180-200°C, vorauswärme 100°C, die einschließlich Aufheizzeit (ca.10 Minuten) auf 180°C leicht aufrechterhalten wird.

Anschließend erfolgt das Auswaschen mittels eines ersten Flüssigkeitsschubes von ca.40 cbm, der aus dem Abstrom des zweiten Wasch schubes besteht.

schubes gebildet wird, wobei die Temperatur auf 140-150°C gesenkt wird.

Der erste Abstoß wird als Ausbeute der Celloligninhydrolyse der Weiterverarbeitung zugeführt.

Anschließend erfolgt der zweite Waschschub von ca.40 cdm, der aus dem Abstoß des dritten Wasserschubes der vorhergehenden Perkolation gebildet wird.

Die Perkolatortemperatur geht beim Eintritt des zweiten Waschschubes auf ca.120°C zurück, während sie beim Eintritt des dritten Waschschubes auf ca.108°C fällt.

Bei dieser Arbeitsweise ergibt sich z.B. aus Eukalyptusholz eine Ausbeute von 45% red. Zucker, wobei 20% Pentosen und 25% Hexosen sind.

Der Ligninrückstand beträgt dabei etwa 35% der Holztrockensubstanz (HTS).

Diese Arbeitsweise hat den Vorteil, daß der Ligninrückstand des Prozesses ausreicht, den gesamten Dampf- und Kraftverbrauch des Prozesses einschließlich Alkoholbildung und Destillation zu decken.

Bei der Verarbeitung von einjährigen Pflanzen, wie Stroh, wird nach Füllung des Perkolators mit vorhydrolysiertem Material 0,5%ige Schwefelsäure von ca.100°C durch das Filter von unten in den Perkolator eingefüllt, bis das Material überschichtet ist. Der Überschub wird dann durch das Filter abgelassen und für die nächste Impregnierung in einem Ettich aufbewahrt.

Im Anschluß daran wird von unten durchgedämpft (ca.5-10 Minuten) um die Säurekonzentration zu vergleichmäßigen.

Der Perkolator wird nun mit Dampf von unten durch das Filter auf 200°C aufgeheizt und bei dieser Temperatur ca.20 Minuten (einschließlich Anheizzeit mit ca.10 Minuten) gehalten.

Hierauf wird der Perkolator in den Zyklon entleert, wobei der aus der Celloligninhydrolyse anfallende Dampf analog dem Vorarbeiten bei der Entfernung des Vorhydrolysats im Kondensationsteil des Zyklons kondensiert wird.

Anschließend erfolgt in analoger Weise wie beim Vorhydrolysat die Abtrennung in der Schüttzentrifuge in zwei Stufen. Der

00-00-00

3107951

-7-

Ligninrückstand wird dann dem Kesselherd als reaktor zugeführt, um die für die Gesamtfabrikation nötige Dampf zur Krafterzeugung durchzuführen. Die Anlage erzielt dabei eine energieautark.

Es kann jedoch u.U. zweckmäßig sein, eine zweite Cellulose-Hydrolyse im Perkolator bei Temperaturen von 100-120°C, vormals 220°C, durchzuführen und die Ausbeute durch den dabei gebildeten Zuckers in analoger Weise vorzunehmen, um die Ausbeute noch etwas zu erhöhen.

Dies wird insbesondere an solchen Standorten von Interesse, wo billiges Brennmaterial zur Dampferzeugung zur Verfügung steht, da in diesem Falle der Ligninrückstand nicht mehr ganz zur Erzeugung des erforderlichen Dampfbetriebs ausreicht.

Die Ausbeutelösungen aus Vor- und Cellulose-Hydrolyse werden vereinigt neutralisiert, auf Gärtemperatur entseptiert und der Alkoholgärung und Destillation zugeführt.

In der Alkoholgärung mit Lebe (Acetobacter xylophilus) werden die Hexosen zu Alkohol vergoren, während die Pentosen erst in der Maischekolonne der Destillation als Zucke abgespalten und separat mittels *fusarium oxysporum* zu Alkohol vergoren werden.

Die Pentosenmaische wird dann in einer zweiten Maischekolonne der Destillationsanlage abgetrieben und der vorkonzentrierte Alkohol dann gemeinsam mit dem aus der Hexosenmaischekolonne abgetriebenen vorkonzentrierten Alkohol rektifiziert zu 96 Vol-%igem Alkohol.

Dieser 96 Vol-%ige Alkohol ist für den Betrieb von Motorrädern, die vom Volkswagenwerk in São Paulo entwickelt wurden, ohne weiteres verwendungsfähig.

Es ist jedoch anschließend dann noch eine Absolutierung vorgesehen, um zu 99,81,em Alkohol für den Antrieb eines Benzintreibstoff zu gelangen.

-8-

RAF ORIGINAL

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)